

DEUTSCHES

PATENTAMT



AUSLEGESCHRIFT 1 001 889

J 10572 IVa/55f

ANMELDETAG: 20. AUGUST 1955

BEKANNTMACHUNG

DER ANMELDUNG

UND AUSGABE DER

AUSLEGESCHRIFT: 31. JANUAR 1957

1

Gegenstand der Erfindung bildet ein neuartiges und besonders vorteilhaftes Verfahren, welches die schnelle Vernetzung cellulosehaltiger Fasern in alkalischem Medium mit dem Ziel der Herstellung neuartiger Flächengebilde, wie Papiere mit besonderen Eigenschaften, Faservliese u. dgl., bezweckt.

Es ist bereits bekannt, für einen derartigen Zweck Natronlauge von hoher cellulosequellender Kraft zu verwenden. Gemäß der deutschen Patentschrift 748 424 (G. Jayme) wird z. B. zur Herstellung naßfester Papiere ein aus Zellstoff hergestelltes, getrocknetes Papierblatt einige Minuten lang der Einwirkung einer 5- bis 10%igen Natronlauge unterworfen, gepreßt, gewaschen, nochmals gepreßt und dann getrocknet. Ebenso beschreibt die deutsche Patentschrift 853 437 ein Verfahren zur bleibenden Veränderung der Oberflächenform von Geweben, bei dem z. B. Natronlauge in einer Konzentration von 6 bis 10% bei einer Temperatur von 0 bis 15° während 10 bis 25 Sekunden verwendet wird. Dieser Weg bezieht sich, wie ausdrücklich vermerkt, vorwiegend auf Kunstfasern aus Cellulose, die bekanntlich äußerst rasch, leicht und hoch quellen.

Die in Natronlauge gequollenen Regeneratfasern sind plastisch und können, in Form eines Gewebes vorliegend, durch Druck verformt werden.

Mit vorliegender Erfindung wurde nun überraschenderweise festgestellt, daß sich eine Vernetzung cellulosehaltiger Fasern beliebiger Art, Struktur und Quellbarkeit, wie Baumwolle, Ramie, Leinen, Flachs, Zellstoff aus Holz oder anderen Pflanzenstoffen und Celluloseregeneratfasern u. a., in jedem Falle sehr rasch und leicht durchführen läßt, wenn man die quellende Kraft der verwandten Lauge durch bestimmte Zusätze wesentlich erhöht, gegebenenfalls so weit, daß sie cellulolösende Kraft annehmen. Es werden hierbei bei kurzer Kontaktzeit nur die Schichten an der Oberfläche der Fasern sehr stark gequollen und teilweise gelöst und so durch den angewandten Druck eine sofortige Vernetzung der Fasern erzielt. Bei langsam und wenig quellenden Fasern kann es von Vorteil sein, in der Behandlungslauge schon Cellulose aufzulösen, die dann beim Absäuern ausgefällt wird. Auf diese Weise läßt sich die Kontaktzeit der Lauge auf wenige Sekunden herabsetzen, so daß eine kontinuierliche Durchführung der Vernetzung bei hoher Arbeitsgeschwindigkeit möglich wird. Dies bedeutet einen großen Fortschritt. Erfindungsgemäß wird die quellende oder lösende Kraft der Behandlungslauge der Quell- oder Lösegeschwindigkeit der zu behandelnden Cellulosefaser angepaßt. Quillt die Faser verhältnismäßig rasch, so genügt es, der Lauge z. B. gewisse Mengen von Zinkoxyd zuzusetzen (vgl. auch E. Heuser, Cellulose Chemistry 1944; John Wiley & Sons, Inc.

Verfahren zur schnellen Vernetzung cellulosehaltiger Fasern

5

Anmelder:

Dr.-Ing. Georg Jayme,
Darmstadt, Am Weidenborn 7

Dr.-Ing. Georg Jayme, Darmstadt,
ist als Erfinder genannt worden

15

2

S. 443). Erfindungsgemäß wurde ferner festgestellt, daß bei 20° eine Zinkatlauge, enthaltend 10,7 Gewichtsprozent NaOH und 2 Gewichtsprozent ZnO, maximale Lösekraft für gebleichte Sulfitzellstoffe besitzt, während für Baumwollinters die betreffenden Konzentrationen bei 13,2 Gewichtsprozent NaOH und 2,5 Gewichtsprozent ZnO liegen.

Mit diesen Laugen kann mit einer Kontaktzeit von z. B. 2 bis 5 Sekunden gearbeitet werden. Soll diese z. B. jedoch 5 bis 9 Sekunden betragen, so kann die Konzentration des ZnO vermindert werden.

In dasselbe System gehören Stannat- und Beryllatlauen.

Noch höhere quellende Kraft besitzen infolge ihres Lösungsvermögens bei längerer Kontaktzeit, wie erfindungsgemäß festgestellt wurde, solche Laugen, die einen bestimmten Eisen-Weinsäure-Natrium-Komplex, $[(C_4H_3O_6)_3Fe]Na_6$, oder den entsprechenden Kalium-Komplex enthalten (ersterer beschrieben durch G. Jayme und W. Verburg, Reyon, Zellwolle und andere Chemiefasern, 32, 193, 275 [1954]). Bei 20° besitzen hier Lösungen, enthaltend etwa 250 g/l dieses Komplexes und 50 bis 100 g NaOH/l maximale cellulolösende Kraft. Mit diesen Laugen kann man die Kontaktzeit auf 1 bis 2 Sekunden herabsetzen; es erweist sich dabei oft auch als günstig, in diesen Behandlungslaugen noch Cellulose aufzulösen,

z. B. 1 bis 5 g/l; infolge der hohen cellulolösenden Kraft dieser komplexhaltigen Laugen können darin auch Cellulose hohen Polymerisationsgrades und damit hoher Vernetzungskraft aufgelöst werden, während z. B. in Zinkatlauge nur stark abgebauten Cellulosen und Oxycellulosen und in Natronlauge sogar praktisch nur ganz kurzketige Hemicellulosen gelöst werden können. Der Zusatz von Cellulose erhöht auch die Viskosität der Behandlungslauge, was ihre Dosierung erleichtert.

609 768/254

BEST AVAILABLE COPY

Das Wesen der neuen Erfindung besteht also darin, die quellende Kraft von Laugen, z. B. Natronlaugen, für Cellulose durch Zusätze so zu erhöhen, daß, angepaßt der jeweiligen Quellgeschwindigkeit der betreffenden cellulosehaltigen Faser, innerhalb kürzester Kontaktzeit die äußeren Zellwandschichten in einen derart hohen Quellungszustand versetzt werden, daß durch Druck eine rasche Verschweißung der Fasern erreicht werden kann, die dann durch Entfernung der Lauge — entweder durch Auswaschen oder Absäuern und Waschen — und nachfolgendes Abpressen und Trocknen als bleibende Vernetzung fixiert wird. Dabei erweist sich in manchen Fällen ein Zusatz von gelöster Cellulose zur Behandlungslauge als günstig.

Wie bei allen Quellungs- und Lösungsreaktionen der Cellulose in wässrigen Medien gilt auch hier die Regel, daß bei tieferer Temperatur die quellende oder lösende Kraft der Laugen erhöht wird. Es wird jedoch hier vorzugsweise im Temperaturgebiet von 10 bis 25° gearbeitet und die Lösekraft der Laugen durch Art und Menge der Zusätze gesteuert. Durch Zugabe geeigneter Netzmittel und intensive Rührung können die Laugen auch in Schaumform gebracht und so in sehr sparsamer Weise angewandt werden.

Beispiel 1

Ein getrocknetes Papierblatt von 70 g/m² Flächengewicht, hergestellt aus einem auf 28° SR gemahlenen, gebleichten Papiersulfatzellstoff, wird 5 Sekunden lang in ein Bad von 25° gebracht, enthaltend 10,7 Gewichtsprozent NaOH und 2 Gewichtsprozent ZnO, und nach Abstreichen des Überschusses der Lauge einem Druck von 50 kg/cm² für die Dauer von 30 Sekunden ausgesetzt. Das verschweißte Blatt wird alkalifrei gewaschen, 1 Minute lang dem gleichen Druck ausgesetzt und dann in üblicher Weise getrocknet. Dabei steigt die Naßreiblänge von 150 auf 2100 m, die Falzzahl von 430 auf 6300, und die Transparenz entspricht etwa der von Schwefelsäurepergamentpapier.

Beispiel 2

Ein auf trockenem Wege aus 50 mm langer Viskosezellwolle hergestelltes lockeres Vlies mit einem Flächengewicht von 30 g/m² wird durch zwei übereinanderstehende Walzen geführt, deren Oberflächen mit einer Lösung von 20° angefeuchtet sind, enthaltend 50 g NaOH/l, 125 g [(C₄H₃O₆)₃Fe] Na₆/l und 2,5 g Cellulose/l.

Die Entfernung der Walzen voneinander ist so eingestellt, daß das trockene Vlies zusammengedrückt wird und Ober- und Unterseite des Vlieses mit der Lauge benetzt werden. Dann passiert das benetzte Vlies nach einer Kontaktzeit von 3 Sekunden ein weiteres

Walzenpaar, in dem durch Preßdruck die Verschweißung vorgenommen wird. Dann wird die Lauge durch Absäuern mit 5%iger, 30° warmer Schwefelsäure und Auswaschen entfernt, das in Wasser noch hochgequollene, aber schon vernetzte Gebilde durch Abpressen verfestigt und getrocknet. Es entsteht ein flächiges, vernetztes Fasergebilde, das einem Gewebe ähnelt und einen derart großen inneren Zusammenhalt besitzt, daß es sich selbst frei trägt und auch in Wasser, ohne zu zerfallen, lebhaft bewegt werden kann.

Beispiel 3

Gebleichte Leinenfaser wird in 5 mm lange Stücke geschnitten, durch Rühren in eine wässrige Suspension von 0,3% Stoffdichte gebracht und nach Zusatz von 15 5% Carboxymethylcellulose — auf die Leinenfaser bezogen — auf einem Sieb zu einem gleichmäßigen Blatt von 40 g/m² Flächengewicht geformt. Dieses wird auf einen Trockengehalt von 40% abgepreßt und 20 dann gemäß dem im Beispiel 2 beschriebenen Verfahren weiterbehandelt. Die Zusammensetzung der Behandlungslauge beträgt jedoch 100 g NaOH/l, 250 g [(C₄H₃O₆)₃Fe] Na₆/l und 5 g Cellulose/l, die Temperatur 10° und die Kontaktzeit 1 Sekunde. Das nach 25 dem Absäuern, Auswaschen, Abpressen und Trocknen entstandene vollkommen vernetzte Gebilde steht in seinem Charakter zwischen einem porösen Papier und einem feinen Leinengewebe, trägt sich vollkommen selbst und behält in Wasser gebracht und darin be- 30 wegt vollkommen seine Struktur bei.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur schnellen Vernetzung cellulosehaltiger Fasern in Form flächiger Gebilde, wie Papiere, auf nassem oder trockenem Wege hergestellte Faservliese od. dgl., durch Behandlung mit Alkalilauge, Vernetzen der Fasern unter Druck, Auswaschen und Trocknen, dadurch gekennzeichnet, daß die Quellkraft der Lauge durch dieselbe erhörende Zusätze, wie z. B. Zinkat, Stamat, Beryllat oder einem Eisen-Weinsäure-Alkali-Komplex, entsprechend der Quellbarkeit der verwendeten Cellulosefasern gesteigert wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die angewandte Lauge celluloselösende Kraft besitzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die angewandte Lauge Cellulose, z. B. in einer Menge von 1 bis 5 g/l, gelöst enthält.

In Betracht gezogene Druckschriften:
Deutsche Patentschrift Nr. 748 424.